

wird, das man in den aufzubereitenden Wasserstrom schaltet, ist vor allem für kleinere Wassermengen bis zu 30 m<sup>3</sup>/Tag gedacht. Die Zusammensetzung des Mikrophos ist so gewählt, daß die Temperatur des zu behandelten Wassers 10–15° C betragen soll. Da die Füllsubstanz laufend abnimmt, muß sie von Zeit zu Zeit, etwa wenn 1/3 der Füllung verbraucht ist, nachgefüllt werden. Die Größe der Apparate muß so bemessen werden, daß eine gewisse Kontaktzeit, in der die erforderlichen 1–5 mg Phosphat an das zu behandelnde Wasser abgegeben werden, gewährleistet wird.

**SCHILLING**, Wiesbaden: *Polymere Phosphate für Kesselspeise-wasser-Aufbereitung*.

Die durch Schmelzen primärer und sekundärer Orthophosphate gewonnenen polymeren Phosphate besitzen die Eigenschaft, Kalksalze in Lösung zu halten, d. h. Härteausfällung und damit Kesselsteinbildung zu verhindern, und zwar schon in kleinen Mengen. Nachdem bereits seit längerer Zeit bei der Behandlung von Kühlwässern von dieser Eigenschaft praktisch Gebrauch gemacht wurde, wurde das Verfahren in den letzten Jahren durch Benutzung von Natriumtripolyphosphat in der Sondermischung „Albertphosphat 333“ bei Flammrohrkesseln bis 15 atü, stehenden Quersiedern und gußeisernen Gliederrohren angewandt. Man fügt 5–10 g pro Härtegrad und m<sup>3</sup> des Zusatzwassers bei und erzielt steinfreie Kessel. Eine dichte Phosphatschicht, die sich dabei an der blanken Kesselwand bildet, gewährt einen gewissen Korrosionsschutz. Für bewegliche Kessel, wie Schiffskessel und Lokomotiven, wurde die Sondermischung „Albertphosphat 522“ entwickelt, von der 20–50 g je m<sup>3</sup> Wasser gebraucht werden. Auch hiermit wurden kesselstein- und korrosionsfreie Kessel erzielt.

**J. LEICK**, Köln: *Beeinflussung des Basenaustausches durch Vorbehandlung des Wassers*.

Das für Kesselspeise- oder Fabrikationszwecke zu enthartende Wasser ist oft bereits einer Vorbehandlung als Korrosionsschutz, zur Teilenthartung oder zur Entkeimung unterzogen worden. Eine Vorbehandlung mit Chlor in der üblichen Dosierung hat sich als für die Enthartung unschädlich erwiesen. Polymere Phosphate können bei Basenenthartung zur Bildung von Komplexsalzen und zu einer Verschlechterung des Enthartungseffektes führen; Versuche zeigten aber, daß das erst bei Zusatz von 20 mg/l der Fall ist. Größte Bedeutung hat heute die Vorbehandlung des Wassers durch Entcarbonisierung mit Kalk vor dem Basenaustauscher. Die im Anschluß daran bei der Filterung über feinkörnige Masse auftretende Ausfällung von CaCO<sub>3</sub> muß durch Rückspülung beseitigt werden; bei einer guten Rückspülung führt selbst eine gewisse Trübung des entcarbonisierten Wassers nicht zu Schwierigkeiten. Diese können zwar durch heißes entcarbonisiertes Wasser entstehen, jedoch, wie Versuche des Vortr. zeigten, verhindert werden.

**F. SEIFERT**, Obersuhl: *Die Abwasserfrage in der Kali-Industrie*.

Die bekannten Beanstandungen, zu denen die Einleitung von Kaliblässern in die Vorflut führt, haben umfangreiche behördliche Überwachungsmaßnahmen veranlaßt, vor allem im Weser- und Werragebiet. Die Einleitung erfolgt auf Grund von Abwässerkonzessionen unter behördlicher Aufsicht, im Werragebiet unter einer staatlichen Kaliabwässerkommission. Im Werragebiet, das nach dem ersten Weltkrieg zum Sitz der Hauptproduktion wurde, ist ein besonderes System geschaffen worden, nach dem bei der Abwasserableitung die Wasserführung des gesamten Wesergebietes berücksichtigt wird. Ein großer Teil der Abwässer wird jedoch in unterirdische Gebirgsschächte geleitet. Im Aller-Leine-Gebiet werden die Endlaugen bei der Ableitung auf große Stapelbecken verteilt. Erweiterte Abwasserversenkung und Versuche, den Anfall der Kaliabwässer durch neue Verarbeitungsmethoden zu verringern, werden gegenwärtig durchgeführt.

H. [VB 316]

## Deutsche Kautschuk-Gesellschaft

Hauptversammlung und Vortragstagung, Bad Neuenahr

11.–18. Oktober 1951

Die erste Nachkriegstagung wurde durch Generaldirektor C. Rüger, München, eröffnet. Bei der anschließenden Wahl wurden Dir. Dr. Dr. e. h. E. Konrad, Leverkusen, zum ersten Vorsitzenden und Direktor Dr. Giese, Fulda, zum stellvertret. Vorsitzenden gewählt. Die auf der Tagung gehaltenen Vorträge werden fortlaufend in „Kautschuk und Gummi“ veröffentlicht.

**S. BOSTRÖM**, Aachen: *Über Kongo-Kautschuk*.

Kongo-Kautschuk, der nerviger als der malaiische Kautschuk ist, hat einen höheren Polymerisationsgrad. Wegen seines höheren Eiweißgehaltes (4,6% gegenüber 3,56%) springen die Mischungen aus Kongo-Kautschuk früher an. Das mechanische Niveau der Vulkanisate ist in Bezug auf Härte, Rückprallelastizität, Festigkeit und Dehnung den Vulkanisaten aus malaiischem Kautschuk überlegen. Die Qualitätsunterschiede gegenüber dem malaiischen Kautschuk werden auf die geringere Zapfmenge und die klimatischen Verhältnisse zurückgeführt.

**P. STÖCKLIN**, Leverkusen: *Vergleichende Bewertung der im Handel befindlichen synthetischen Kautschuksorten*.

**V. HEERING**, Berlin: *Kautschuk und Kautschuk-Nachfolgestoffe in der Kabelindustrie*.

**E. WEINBRENNER**, Leverkusen: *Neue elastische Werkstoffe<sup>1)</sup>*.

Werden bei der Herstellung von „Vulkollan“<sup>2)</sup> an Stelle des Desmodur 15, Desmodur T und andere Polyester mit mehreren Hydroxylgruppen verwendet, so führt die Reaktion der verlängerten Ester mit Wasser zu stark vernetzten Kunststoffen. In einer speziellen Apparatur gelingt es durch die Zugabe von geeigneten Katalysatoren die Reaktion so zu steuern, daß die bei der Zugabe von Wasser frei werdende Kohlensäure nicht vor dem Eintritt der Vernetzung entweicht. Auf diesem Wege können Schaumstoffe, die sog. „Moltoprene“ hergestellt werden, deren spez. Gewicht zwischen 0,04 bis 0,5 g/cm<sup>3</sup> eingestellt werden kann. Je nach der Anzahl der Hydroxyl-Gruppen im Polyester gelangt man zu halbstarren oder elastischen Schaumstoffen. Die „Moltoprene“ zeichnen sich durch hohe Einreibfestigkeit, Alterungs- und Ozonbeständigkeit aus und werden durch Öle oder Benzin nicht verändert.

**P. SCHNEIDER**, Leverkusen: *Über Mastizierung und Regenerierung mit chemischen Hilfsmitteln*.

Bekanntlich läßt sich Kautschuk nur in Gegenwart von Sauerstoff mastizieren. Unter 100° C verläuft die Mastikation nach einem anderen Mechanismus als bei höheren Temperaturen, bei denen der Abbau der Moleköl über oxidative Radikal-Ketten eintritt. In Gegenwart geringer Mengen an Katalysatoren, wie Thiophenole, deren Zinksalze oder Disulfide, wird bei der höheren Temperatur die Geschwindigkeit der Mastikation wesentlich gesteigert. Synthetische Kautschuke erfordern weit höhere Zusätze als Naturkautschuk. Regenerierung und Mastikation verlaufen bei erhöhten Temperaturen über die gleichen Reaktionen. In beiden Fällen werden über Radikalketten Hydroperoxyde an der Molekölkette des Kautschuks gebildet, die für die Depolymerisation verantwortlich sind. Thiophenole wirken zunächst als Wasserstoff-Donatoren auf das Hydroperoxyd-Radikal ein. Die dabei entstehenden Thiophenol-Radikale starten durch ihre dehydrierende Wirkung auf das  $\alpha$ -Kohlenstoffatom der Polyisoprene neue Radikalketten, wodurch die Geschwindigkeit der gesamten Reaktionen wesentlich beschleunigt wird. Zinksalze von Thiophenolen sowie geeignete substituierte Disulfide reagieren im Radikalzustand nach dem gleichen Mechanismus. Die beschleunigende Wirkung der Thiophenol-Radikale wird durch deren Dimerisation zu den entspr. Disulfiden abgebrochen.

**J. BEHRE**, Hamburg: *Kolloidchemische Betrachtungen über die Vorgänge bei der Vulkanisation und bei der Alterung von Kautschuk*.

**F. KIRCHHOF**, Schwetzingen: *Chemie der Faktusbildung und verwandter Reaktionen*.

Auf Grund der Untersuchungsergebnisse von Knight und Stamberger an Trolein versucht Vortr. den Mechanismus der Schwefel-Faktusbildung zu deuten. Die bei der Temperatur der Faktisherstellung entstehenden S<sub>4</sub>-Molekülen verursachen zunächst eine Aufrichtung der Doppelbindungen. In der weiteren Folge tritt eine Spaltung des S<sub>4</sub>-Moleküls in Einzelmoleküle ein, die eine Bindung mit den freien Valenzen der Fettsäuren eingehen, wobei eine freie Schwefelbindung erhalten bleibt. Die Dimerisation dieser Radikale oder ihre Reaktion mit den freien C-Valenzen der Fettsäuren führt schließlich zu Disulfid- oder Thioäther-Brücken. Auf Grund von Versuchen mit bromiertem Rüböl hält Vortr. die Hypothese für unwahrscheinlich, daß Schwefel-Brücken am Glycerin-Rest zur Bildung von Faktis beitragen können. Bei der Faktusbildung mit Schwefelmonochlorid tritt im Sinne von Kaufmann eine einseitige Chlorierung des aus zwei Fettsäuremolekülen gebildeten Dithian-Ringes an nur einem Schwefelatom ein, was zur Bildung des „flüssigen“ Faktis führt. In der Endphase treten weitere Schwefelmonochlorid-Moleküle unter Abspaltung von Salzsäure vermutlich in den Glycerin-Rest ein, was zu einer stark exotherm verlaufenden Gelierung führt.

**F. v. SPULAK**, Leverkusen: *Hilfsprodukte für die Kautschukindustrie*.

Vor allem auf dem Gebiet der nicht verfärbenden Alterungsschutzmittel, der Füllstoffe, Weichmacher, Harze und Lacke gilt es noch Probleme zu lösen. Von Seiten des Auslands ist grundsätzlich Neues auf dem Gebiet der Hilfsprodukte nicht gebracht worden, obwohl einzelne Verkaufsprodukte einen beachtlichen Fortschritt darstellen. Die deutsche Entwicklung hat im großen und ganzen mit der ausländischen Schritt gehalten.

**F. ENDTER**, Kalscheuren: *Zum Aufbau des Systems Füllstoff-Kautschuk; eine elektronenmikroskopische Studie*.

Die elektronenmikroskopische Untersuchung des Rückstandes der Benzol-Extraktion von Füllstoff-Naturkautschuk-Mischungen zeigt die Bildung eines dreidimensionalen Netzwerkes, das aus Füllstoff und unlöslichem Bound-Rubber besteht. Bei der Extraktion mit Benzol wird der unveränderte Kautschuk entfernt. An die Stelle des durch Lösen entfernten Kautschuks treten im Extraktionsrückstand Hohlräume auf, während der Bound-Rubber-Anteil zwischen den Füllstoffteilchen verbleibt, diese umschließt und miteinander verbindet. Der Bound-Rubber ist nicht fest mit der Oberfläche der Füllstoffpartikel verbunden. Der Gehalt einer Füllstoff-Naturkautschukmischung an Bound-Rubber ist abhängig vom Charakter des Füllstoffes und wirkt sich auf die plastisch-elastischen Eigenschaften der Mischung aus. Der chemische Aufbau des Bound-Rubber und die Art seiner Bildung kann durch reine adsorptive Bindung zwischen Füllstoff und Kautschuk allein nicht ausreichend

<sup>1)</sup> Vgl. diese Ztschr. 59, 257 [1947]; 63, 499 [1951].

<sup>2)</sup> Vgl. diese Ztschr. 62, 57 [1950].

erklärt werden. Wahrscheinlich wird unter der Einwirkung der elektrostatischen Oberflächenkräfte der Füllstoffpartikel eine Vernetzung der Kautschukmoleküle durch C-C-Bindungen herbeigeführt.

**G. FROMANDI**, Leverkusen: *Anwendungstechnische Versuche zur Charakterisierung des aktiven Verhaltens von Füllstoffen im Kautschuk.*

In einer Untersuchungsreihe wurde der gesamte Komplex der Füllstoffaktivität vom anwendungstechnischen Standpunkt aus betrachtet. Dabei wurde insbes. das System Kautschuk/Füllstoff bei höheren Temperaturen und unter weitgehender Variation der Füllstoffdosierungen abgewandelt und das thermische, plastische, physikalisch-chemische („Bound Rubber“) und mechanisch-technologische Verhalten der Vormischungen, der fertigen Mischungen und der entspr. Vulkanisate geprüft. Als Ergebnis wird festgestellt, daß es bis jetzt ein einzelnes Kriterium für die Beurteilung der Aktivität eines Füllstoffs nicht gibt; es ist vielmehr erforderlich, für die Klassifizierung eines Füllstoffs das gesamte Eigenschaftsbild seiner Rohmischung und seiner Vulkanisate heranzuziehen.

**H. D. KRUG**, Hannover: *Neuere Untersuchungsmethoden für Kautschukfüllstoff-Gemische.*

Die Gelbindung, d. h. die Bildung von unlöslichen Füllstoff-Kautschuk-Komplexen wird in Abhängigkeit von der Füllstoffmenge, der Mischungsmethode und der Mischungstemperatur untersucht. Die Aktivität eines Füllstoffs kann durch zwei besondere Methoden bestimmt werden, 1) durch eine speziell ausgearbeitete Prüfung der Plastizität der Füllstoff-Kautschuk-Mischung mit dem Deformationsgerät (Defo-Härte), 2) durch die Messung des relativen dielektrischen Verlustwinkels. Die Anwendung dieser Methoden auf Füllstoffkautschuk-Mischungen gestattet es, aktive Füllstoffe in ein einheitliches Schema einzurichten.

**H. FREDENHAGEN**, Düsseldorf: *Die Aktivität heller Füllstoffe.*

Die Aktivität eines Füllstoffs ist schwer zu messen, weil das Ergebnis der Messung von der gewählten Maßgröße abhängt. Zur Bestimmung der Aktivität müssen Zahl und Festigkeit der Bindungen zwischen Kautschuk und Füllstoff bestimmt werden, was sich aber nur schwierig durchführen läßt. Aus den Klopft- und Sedimentvolumen von Füllstoffen und den Ergebnissen der gummitechnischen Prüfung von Kautschukmischungen mit gleichen Füllstoffvolumen ergibt sich ein behelfsmäßiger Vergleich, der zur Charakterisierung und Aktivitätsbestimmung der Füllstoffe dienen kann.

**A. BOETTCHER**, Kalscheuren: *Beziehungen zwischen Füllstoff-Aktivität und Vulkanisation.*

Die Bestimmung der Plastizität von Mischungen aus Naturkautschuk oder Neopren mit Füllstoffen, wie Calciumsilicat, kolloide Kieselsäure und Ruß ergab, daß mit den Füllstoffen, welche die Plastizität der Kautschuk-Füllstoff-Mischung stark erniedrigen, gleichzeitig auch eine erhöhte Dosierung an Schwefel und Beschleuniger notwendig ist, um optimale mechanische Prüfwerke der Vulkanisate zu erhalten. Diese Beziehung gilt für einige weiße Füllstoffe wie auch für gewisse Rüsse und kann durch die unterschiedliche Fähigkeit dieser Füllstoffe, den unlöslichen Bound Rubber zu bilden, erklärt werden.

**J. KRUSE**, Hamburg: *Über die Beeinflussung von Kautschuk und Füllstoff bei der Deformation eines Vulkanisates.*

Großteilige Füllstoffe sind die Ursache für die Bildung von Vakuolen beim Dehnen von Füllstoff-Kautschuk-Mischungen. Aus spannungsoptischen Untersuchungen an grob- und feinteiligen Füllstoffen ergibt sich, daß in Kautschukmischungen mit feinteiligen Füllstoffen die Spannungsfiguren nicht etwa geometrisch verkleinert erscheinen, sondern eine völlig andere Gestalt annehmen. Durch eine quantitative spannungsoptische Analyse kann die Kraft berechnet werden, die an der Oberfläche der Füllstoffe angreift. Ferner führt die Methode zum Ergebnis, daß der Vernetzungsgrad des Kautschuks durch feinteilige Füllstoffe erhöht wird. Es besteht eine Wechselwirkung zwischen Kautschuk und Füllstoff. Bei der Deformation von füllstoff-haltigen Vulkanisaten sind die

Bindungen zwischen Füllstoffteilchen und Kautschuk nicht starr, sondern es tritt bei jeder Dehnung ein mehr oder weniger stark behindertes Abgleiten des Kautschuks an der Oberfläche des Füllstoffteilchens ein. Die Versteifung von Vulkanisaten wird sowohl durch die Einwirkung des Füllstoffs auf den Kautschuk als auch durch die Erhöhung des Vernetzungsgrades von füllstoff-haltigem Kautschuk erklärt.

**R. ECKER**, Leverkusen: *Beitrag zur Methodik der Strukturfestigkeitsprüfung.*

Die Bestimmung der Strukturfestigkeit ist u. a. abhängig von der Prüfgeschwindigkeit, der Temperatur und besonders von der Vorbeanspruchung der Probe. Zwischen der Neigung verschiedener Kautschuke beim Dehnen in einen kristallinen Zustand überzugehen und der Strukturfestigkeit besteht ein Zusammenhang. Bei den meisten Methoden zur Bestimmung der Strukturfestigkeit geht infolge der hohen Verformbarkeit des Vulkanisates die angelegte Kraft in eine Zugbeanspruchung über, so daß häufig nur die Zerreißfestigkeit des durch den Einschnitt verringerten Querschnittes bestimmt wird.

**W. KERN**, München: *Eine Methode zur Bestimmung des Reibungskoeffizienten und des Abriebs.*

Auf dem Prinzip der Seilreibung über Rollen beruhend, wurde eine Methode zur Bestimmung des Reibungskoeffizienten und des Abriebs entwickelt, die es gestattet, beide Maßgrößen in Abhängigkeit von der Geschwindigkeit, des Druckes, der Temperatur und der Reibungsunterlage zu bestimmen.

**R. ECKER**, Leverkusen: *Studien zur Prüfung der Rutschfestigkeit von Gummiqualitäten.*

Auf der sog. Karussellmethode beruhend wurde ein Prüfgerät entwickelt, mit dessen Hilfe die wichtigsten Faktoren zur Bestimmung der Rutschfestigkeit unter verschiedenen Bedingungen dynamisch festgestellt werden können. Die Reibungskoeffizienten von Naturkautschuk sind bei Raumtemperatur und trockner Bahn größer als die von Buna S. Mit steigender Feuchtigkeit und Temperatur tritt jedoch ein Abfall ein, während mit Buna S keine Abhängigkeit von der Feuchtigkeit und ein Abfall erst bei 70° C festgestellt wurde. Verschnitte aus Naturkautschuk und Buna S geben im Verhältnis 1:1 bei Zimmertemperatur als auch bei erhöhten Temperaturen bessere Werte als Naturkautschuk oder Buna S allein.

**P. KAINRADL** und **F. HÄNDLER**, Traiskirchen: *Eigenschaften von Kautschukvulkanisaten und Cordfäden bei schneller Verformung.*

Das Verhalten von Kautschukvulkanisaten und Cordfäden wird bei Schwingungsbeanspruchungen durch den dynamischen Elastizitätsmodul und die dynamische Zähigkeit der Proben bestimmt. Für die Messung dieser Eigenschaften wird eine Näherungslösung unter Berücksichtigung des Temperaturanstiegs der Proben bei der Verformung benutzt und die Meßergebnisse mit denen von anderen Autoren verglichen.

**H. ROELIG**, Leverkusen: *Über die Bestimmung der Wechselfestigkeit schubbeanspruchter Weichgummi-Elemente und ihre Beziehung zur Energieaufnahme und Formgebung.*

Mit Hilfe einer neuen Maschine kann an zylindrischen Weichgummi-Metall-Proben die Schubwechselfestigkeit bei konstanter Belastung bestimmt werden. Es besteht eine eindeutige Abhängigkeit der Wechselfestigkeit von der Gestalt der Gummiprobe. Bei einem Vergleich von Naturkautschuk und Buna S zeigt es sich, daß ein Einfluß der Härte vorhanden ist. Aus Wechselfestigkeit und Schubmodul kann die spez. Energieaufnahme errechnet werden, die wie die Wechselfestigkeit und die Dämpfung ein wichtiges Kriterium für das dynamische Verhalten von Weichgummi ist.

**H. MOHR**, Krefeld: *Stand der Entwicklung im Kalanderbau.*

Sch. [VB 319]

## Rundschau

Die Länge der Perioden des Perioden-Systems der Elemente errechnet M. V. Tomkejeff. Wenn jede Periode mit einem Edelgas endet, läßt sich die Zahl (L) der Elemente in einer Periode aus der Nummer der Periode (n) nach der Formel

$$L = \frac{(2n + 3 + (-1)^n)^2}{8}$$

berechnen. Diese Formel gibt gleichzeitig eine Beziehung zwischen n, der Zahl der Elektronenschalen im Atom und L, der Zahl der Elemente in der Periode, in der das Atom steht. (Nature [London] 167, 654 [1951]). — J.

Kolloides Silber stellt G. Matsumura dar: 5 g fein pulverisiertes Magnesiumoxyd wird mit 5 ml 0.01 n Silbernitrat-Lösung durchgeknetet, die Masse getrocknet und dann im Graphit-Tiegel auf 1010° erhitzt. Bei dieser Temperatur wird Silbernitrat thermisch zu Silber zersetzt, das sich als feinste Silbertropfen im Magnesiumoxyd verteilt. Nach 30 min wird abgekühlt, das Reaktionsprodukt mit verdünnter Essigsäure behandelt und die Lösung filtriert. Es resultiert eine grau-rosa Lösung von Silber, das mit Spuren Magnesium verunreinigt ist. (J. Amer. Chem. Soc. 73, 2375 [1951]). — J. (251)

Zur Bestimmung seltener und wertvoller Metalle (Scandium) ist 8-Oxy-Chinolin (Oxin) sehr geeignet, da die mit ihm gebildeten Niederschläge einen niedrigen Metallgehalt haben. Das Metall läßt sich leicht wiedergewinnen, wenn man das Oxinat in verd. Salzsäure löst und die organische Substanz mit Salpetersäure/Salzsäure zerstört. L. Pokras und P. M. Bernays empfehlen diese Methode zur Analyse von Scandium-Lösungen von 0.04 bis 0.6 M Sc-Gehalt. Der Niederschlag hat die Formel  $\text{Sc}(\text{Oxin})_3 \cdot \text{Oxin}$  mit 7,24% Sc. Andere Metalle müssen vorher entfernt werden. (Analyt. Chemistry 23, 757 [1951]). — J. (183)

Zur Deutung der Solvatochromie führen R. Suhrmann und H. H. Perkampus das Verhalten des 1,2,4-Trimethyl-3-oxyphenazins in verschiedenen Lösungsmitteln an: die langwellige Bande bei 19000  $\text{cm}^{-1}$  zeigt für den Extinktionskoeffizienten  $\epsilon$  in Eisessig (dunkelrote Lösung) den 20-fachen Wert wie in Essigsäure-äthylester (hellgelb). Die Vermutung, daß der Effekt durch H-Brücken-Bindung vom O-Atom des Farbstoffs zu Lösungsmittelmolekülen gedeutet werden kann, wird durch Messung der Fluoreszenz bestätigt (Spektrale Lage ebenfalls bei 19000  $\text{cm}^{-1}$ ). Die Fluoreszenz ist umso schwächer, je größer  $\epsilon$ , je stärker also die H-Brücken-Bildung, welche die Anregungsenergie der Farbstoff-